# Reference (4)

#### MANUFACTURE OF AROMATIC CARBONIC ESTER

Publication number: JP54048733

Publication date:

1979-04-17

saventor:

HAINRITSUHI KURIMU, HANSUUYOZEFU BUISHIYU; HANSU

RUDORUFU

Applicant:

**BAYER AG** 

Classification:

- international: 0076

C07C69/96; 801J31/90; 801J31/02; 801J31/12; C07861/00; C07C67/03; C07C68/06; C07C69/00; 801J31/00; 801J31/02; 881J31/12; C07861/00; C07C; C07C67/00; C07C68/00; (IPC1-

7): 801J31/02; C07C68/06; C07C69/96

- auropean:

Application number: JP19780096280 19780809 Priority number(s): DE19772736062 19770810 Aixo published as:

红虹 电电

EP0000879 (A1) DE2736062 (A1) EP0000879 (B1)

IT1 105869 (B)

Report a data error here

Abstract not available for JP54048733

Abstract of corresponding document: EP0000879

1. A process for the production of aromatic carbonic acid esters by transesterifying dialkyl carbonates with phenois under the elimination of alcohols and in the presence of transesterification catalysts, wherein organic tin compounds of the general formula I (R\*\*1 )-Sn-(Y)x 4-x in which Y represents an see diagramm: EP0000879,P5,F2 OH or OR\*\*2 radical, R\*\*2 denoting a C1 -C12 alkyl radical, a C6 -C12 aryl radical or a C7 -C13 alkylaryl radical, and R\*\*1 has the meaning of R\*\*2 and x denotes an integer from 1 to 3, or dialkyl tin oxides each with 1-12 C-Atoms in the alkyl radical or organic tin compounds of the general formula It see diagramm: EP0000879,P5,F4 in which R\*\*1 and R\*\*4 are the same or different and have the above-indicated meaning of R\*\*2, and R\*\*5 has the meaning of R\*\*2 or represents a radical OR\*\*6 in which R\*\*6 has the meaning of R\*\*2 are used as reesterification catalysis, in quantities of from 0.001 to 20% by weight, based on the total amount of the reaction mixture.

Data supplied from the espt@cenet database - Worldwide

### (9日本圏特許庁(JP)

印特許出願公開

# ②公開特許公報 (A)

昭54-48733

6blat. Cl.™ C 07 C 69/96 B 01 J 31/02 C 07 C 68/06 織別記号 **②日本分類** 16 C 781. 1 13(9) G 421

厅内整理番号 移公開 昭和54年(1979) 4 月17日 7824--4H 7059-4 G

発明の数 1

7824---4H 審査請求 未請求

(金 6 頁)

参芳香族炭酸エステルの製造方法

学科多 **#** 8753 96280

(2) Hi 順 昭53(1978)8月9日

優先権主張 - 約1977年8月10日の西ドイツ

(DE)@P2736062.9

砂発・明 者 ハインリツヒ・クリム

ドイツ連邦共和国デー4150クレ フエルト・ハイエンバウムシュ

19-665

[33] ハンス・ヨゼフ・ブイシュー

ドイツ連邦共和国デー4150クレ フエルト・ブランデンブルガー シユトラーセ28

餘発 明 者 ハンス・ルドルフ

ドイツ連邦共和国4150クレフエ ルト・バイドンシエトラーセリ

第二人 バイエル・アクチェンゲゼルシ

サフト

ドイツ連邦共和国レープエルク ーゼン(番地なし)

⑩代 理 人 弁理士 小田島平吉

11 締約の名称)

労働新報酬エステルの製造方法

- 2(按幹額不の起路)
- 1 エステル緊急及防熱器の存在下にアエコール を株式しながら炭酸ジアルギルをフェノールでエ ステル緊急が高させるととにより芳香酸凝糊エス テルを製造する方法にかいて、粉・ハロゲン報告 を特たないゆなくとも1 後の発盤物化合物をエス テル交換は定機器として優用することを特徴とす **多方法。**
- 2 終有機能能が式())

(R) /2- 2- 2 m) 2 mm (Y) 2 ○女中》按《一花一思》表。 2日 秦、文禄 0 元5 ※であり、 81 点びボ\* は例一又は極異なり、 さして含みはじゃべらいアルチル裏。じゃべく。 アリール勝又はCyへCaアルキスアリール※

であり、そしてのは1~8の金数である) に対応する有機器化合物、各アルキス器中に1~ 12個の製器原子を有するシアルキル協力キシド。 夏(夏) (夏) (夏)

$$\omega = \left( \frac{R^s}{R^s} \right) \tag{N}$$

(武中、水)及び水, 拉两一叉红斑鼻双方。 そして会々なじ、へじゃアルテス器、じゃんしゃ アリール器。じゃいじゅアスキルアリーム器で 80. 81 (20,40, 724x . C. -0. ブリー本無又はモナーモスアルルルブリー本無 異は盛り8\*であり、ことに 8\* ほじ,~じゃす スキル高、Co~Cieアラール高又はCo~Co アスキルアリース基であるう

任物当了名有微數化合物から服器等よ多數は打大 1 及である特別器家の範囲器 1 及起来の方法。

**新期期54-48733(2)** 

8 有機能化会物として、トリメテル総ジアセテート、トリエテル総ペンジエート、トリフエエル総アセテート、ジブチル総プラウレート、ジブチル総アジベート、ジオクテス紀ジラウレート、ジブチル総アジベート、ジオキントリブチル級、メトキントリブチル級、ジメテル総グリコレート、ジエトキンジブチル級、ジメテル総グリコレート、ジエトキンジブチル級、ジステル総グリコレート、ジエトキンジブチル級、ジステル総グリコレート、ジエトキンジブチル級、ジステル総グリコレート、ジエトキンジブチル級、ジステル総グリコレート、ジエトキンジブチル級、ジステル総グリコレート、ジエトキンジブチル級、ジステル総とドロキンド、トリフエエル総とドロギンド、ヘキサーエチルスタノキサン、ヘキサーブテルスタノキサン、ペキナーブテルスタノキサン、グブテル線オキンド又はジオクチル総オキンドを使用する特別銀の知識器

4. 有微粉粉粉で全反応染合物を基準として 3.891~28激散%の機関で使用する物的機果

無端級又はアキカリ化合物の存在下にかけるフェノールによる影影験実際エステキのエステキ交換反応は、然ドイン等新物器機器371.790号(68-PS 272.527);第1.026.184 号(一65-PS 508.489);第1.026.9 508.489);第1.026.9 508.489);第1.026.0 50万倍にかけるエステキ交換反応機器は、それらが十分に影響性でおなく、放に発出な量の二個化業が過度系にかいて放出されるという欠点を有する。

選ドイツ公開公報第2.53 8.41 2号及び第 2.55 2.8 8 7 号には、ネイス額、たとえば過移 金銭ハライド、又収別応するアンネオギン、アネ コギン又はアリーネオキン化会物が触線として後 形されるところの芳香族総数エステスの製造のた めのエステル製機法が配置されている。元級オ1、 の数層等に多数数の方法。

- 各 逐矩器度が5 5~25 8 Tの影響にある物料 調率の影響器 1 海鉛製の方法。
- \$ 反応報度が100~200℃の数器にある物 新務束の影響第5項影響の方法。
- ① 反応を1~20条件の圧力下に行なり等許額 本の概器が1項記載の方法。
- 8 世方が1~5条任である特許額求の施施銀で 最初級の方法。
- 2 及応を無数の存在下に行なり等許決求の裁別 第1項記載の方法。
- 的 网络如果等数又的激励数数化水聚で多分类的 物来の数据器多数数数如方法。

#### 11 ( ) 新 ( ) 新 ( ) 新 ( ) 新 ( ) 新 ( )

本発明は整節要認案エステルを有機能化合物の 存在下にフェノールでエステル交換するととによ つて芳香蒸炭器エスケルを製造する方法に関する。

T4、U、F、Za、Fe 及びSaの公然のルイス線の 例では、チタンのルイス線のみが緩慢的無線があ る。例数ならば、それらは十分なめなび選択性 を有する場一のルイス線であるからである。参会 の無いことは、これらのチタンをベースとする機 遅はそれらが最終生活物の無い赤褐色藻色を形こ すという欠点を有する。この製色は、影響生活物 が再級感又は蒸撃により構造され物ない場合。た とえばガリカーボネートに続する場合に、冬に好 ましくない。

及つて、本発明の目的は、チャン無数のエステルで無数応用性及び参釈性と同等なそれを有し、 無器生産物を何ら問題となる形に集色しない物質 を発供することにある。この目的はエステル交換 及応触器として有機能化分物を使用することによ 支援遅される。後つて、本発明はエステル交換度 応納器としての製造方法を提供する。後つて、本

特別 至54-48733(3)

報告は触線の存在下にフェコースを検索しながら、 姿勢のファキルをフェノースでエステル交換技能 させることにより労働路が第二ステスを製造する 方法にかいて、有機能化合物を触器として使用する方法を影像する。これらの有機能化合物は結っ ベログン総合を持たないものでなければならない。

事業別の方法にかいて優無される機器の好きしい解析作用は、それらがルイヌ機とみなされ場を のは物であるという原由で無くべきことである。 放対に、シブナス級シタロヨド、又はシナクチェ 級シクロヨドの如き有機鍋ハロゲン化合物は、更 の上では三塚化アエミニウム又は砌場化チェンの 知き楽型的ルイス機に着もおおに増することがで きるが全く効素にないことが見切された。

アルコールが線式される速度を目安とする。本 条例の方法にかいて使用される解解の活性は、た とえばアトラブテムテタネートの知きテタン化会 物の悪性とは実践的に無らない。しかしながら、 2 微微の最終生成物、成ち、原像アルギルアリー 本及び活動シアリールにおいて、その納金は原際 ジアリールの方へずれ、そして二酸化炭素の食の 約半分が相当する条件下に能去されるという利点 がある。

本義與此後与方法に毎に計議な有機能化金物は (i) 式(i)

**に相当する有機能化会物**;

(前) 各了《米本基中化1~12個の微微學を有

するシアスキス施士キシド:又は(事) 式像

$$U = \begin{pmatrix} S_{R} - R^{*} \\ R^{*} \end{pmatrix} \qquad 00$$

**红褐色甘志有微粒化含物である。** 

本義別に従う方法に移に行送な河機能化合物は、 たとえば、トリメテル能ジアセテート、トリエチ ル能ペンプエート、トリプテス能アセテート。ト リフエエル能アセテート、シブテム能ジアセテー ト、シブサル機プラウレート、ジオクデル機ジラウレート、ジブサル機プラウエート、メトキンや20年を発いますが必要。フエノキントリアエエル機、フエノキントリエナル機、ジメトキンシブサル機、ジメチル機クリコレート、ジエトキンシブサル機、ジメテル機のリコレート、ジエトキンシブサル機、ジメトキンジフエニル機、ジストキンジブナル機のドロキンド、トリフエニル機とドロキンド、ヘキャーエチルスタノキサン、ヘキヤフチルスタノキサン、ヘキヤスキノキサン、フトラブサルンフェノギンスタノキサン、シブテル機をキンドである。

必要とされる原配器度にかいてすら低い器包括 を有するこれらの化合物。即ち少なくともも他の 級裁派子を含有する有機金属的に総合したアメキ 本基を有する化合物を使用するのが好ましい。

本条例の方法において使用するための好きしい 接触ジアルギルは天(後)

(文中、名)はじ;〜Cs・アネキル基である) に総治する影響シアルキルである。影響ジメチル、 影響ジエチス、影響シアロビル、姿響ジイソアロ ビル、影像シアキル、影響シオクチル、影響シイ ソオタチル、及び影響シンクロヘキンルを有利に 集用することができる。

本報報の方法において遊せし(使用されるフェーノールは、文(W)

(選中、※は※繋車子。€;~€, アルキル器。 ハロゲン祭子、好きむくは選挙、又はコトロ

器であり、そして×は1叉は3である) に総当する。本語例に扱う方法に管に好ましいフ

フェノールの客景比は広い転開内で変えることができ、そして1:99~99:1。野ましくは1:9~9:10 総勝とすることができる。この比は実際アルキルフリール又は実際シアリールが最終生産物として正であるかどかかを決定する。

要数シアリールの物に異に形成された最級アル サルアリールは激弱により等易に分類することが でき、実新らしいフェノールと放認させるか実施 異数シアリールの分解操に、なか実だ存在するフ エノールと異に反応させることができる。

選ぶ級選は好すしくはるので~260での級器 にあり、特に好ましくは、100で~200での 級器にある。選別は1~20気圧の差力下に、好 ましくは1~6気圧の圧力下に行なりのが有利で ある。

随初多又以为多数聚化水聚口如含有器全藏家使 用してもよい。 エノールは、フェノール、ロ、ボ・タ・タレゾール、ロ、ボ・タ・クレゾール、ロ、ボ・タ・クロロフェノール、ロ、ボ・タ・プロピルフェノール、ロ、ボ・タ・ブロピルフェノール、ロ、ボ・タ・エトロフェノール、2、日・ジメテルフェノール、2、4・ジメチルフェノールである。一般フェノールの代わりに、アルキル無中に1・4回の景楽泉子を含有する三級シブリールアルカン、たと見ばエスフェノールはの如きピスフェノールを発展することも明確である。それらは及死条件に開発せず、差つて衰弱ポリカーボネートに転化できない。維勢な出策原料を崇明する場合には、このようにして得られたポリカーボネートは寒災的に無色であり、更に複数することを終ら必要としない。

雑雑は金良原生含物を基準として約9.091~ 20重量%の機度で製用する。米銀シアエギル対

本業明の方法の1つのおましい影像においては、 アルコールが変更複合物から数形されるにつれて、 適宜不合性ガス酸に1つてアルコールを報道でか 概数去しながら、エステル交換度免除合物を比較 的長いカラム中で必要とされる反応強度に加熱す る。

本発明の方法のうち知の方法によれば、過剰の 無数シアルキルを改配をしいられるべきフェノー キの影響物を適減させ、この総アルコーキ及び炭 数シアルキルから成る後令物を連続的に搬去する。 各部分を分類複雑において公知方法で分離するこ とができる。

これらの2後の方法の結果の類には開発とする 器の差はない。

本条約の方法により得られる炭酸シアリーをは 公知方法によつてポリカーボキートを製造するた め又は複物保護等の製造のための出業談符として 無用することができる。

## 寒 鶏 然 よ

の) ガラスリングを配機した29メートル高さの金銭化カラムにかいて、フエノールも79岁(ちモル)、旅機シグチルリリリ(1モル)、ペーヘアタンをリ及びジフエノキンシブテル総ち、19を終点に加熱する。内部施技をヘアタンを総下により加えることによつて185℃に保つ。メタノールがバーアタンの混合物を59.5℃への60℃にで過渡で需要する。か必が進行するにつれて、発化が観がメナルを15岁(8.5モル)の総計をおら時かけて病費する。ため初期中に物田されたいかにる工物化収率をベー水が化ナトリウムを光楽した状体にン中で物やかな影響機により機業する。

特別別34... 48733(6)
分別する。メタノール、成数ジメデル及びヘアタ
ンから返る数初の第出の後、未反応フェノール
818岁(8.88 \*\*\*)が80~87℃/16ト
本代て報出し、旅数メテルフェニル(\*\*20
1.4970)1)8岁(8.78 \*\*\*)が9597℃/13トルにて報出し、カラムの絵芸の後
化結晶相級数ジフェニル99岁(0.44 \*\*\*)が
185~172℃/18トルにて報出する。反応したフェノールをベニスとする収率は、複数数の
98.5%になる。分析による50、一定数に従えば、
二級化製器 0.811 \*\*\* ルが洗券ビン中に数取され、
これは使用したカーボネート 0.8 \*\*\* 28 \*\*\* の提失に
牲当する。

お) 2,2-ビス・(4-ヒドロキンフエニル)- アロバン45.6多(ひ2モル)、の)に従口て級後した厳ロジフエニル47.1多(ひ22モル)及びナトリウムメチラートのの自然多の協会会会

26トルの任力下にで19℃にゆつくりと加熱し、
フェノールの大阪分を需要により除去する。ない
で圧力を6.2トルに誘摘し、最度を259℃に1
時間上昇させ、そして断熱物が強んど撹拌できな
い福結論になるまで280℃に変に2時間上昇さ
せる。者知すると、透明な、無色の弾性アラスチ
ンクが待られる。このアヤスチンクに増緩物から
加工しておれた液度物件を有する取締物を形成す
ることができる。

## 

2.3メートル高さの会談化変換カラムにかいて、 フェノールも70g(まモル)、※数ジエテル 3.18g(1モル)、キシレン20g8及びシメ トキシンプテル線も多を影響するまで加熱する。 エタノールが78一80℃空気損効会される。深 級ジェテルを約後%変が157…188℃で接接 されるような数にかいてカラムの予算器分尺機加 により導入する。終射2.6モスの状数ジェサルを 28時間にわたつて導入し、その難し8キスのエ タノールを優去する。豪やかな発素の能ればだっ 水酸化ナトリウムを光機した微粉ピンを激して放 発力スを選ぶ、反応集を報を1メートル高さのカ ラスにおいて分割する。キシレン及び未及応募銀 ジェチスが製造されため、フエノーA8028が 76~80℃/18トルにて製めする。微微物は 最い状態である。茨鰈エチルフエニル(1138 = 8.83 ± x; n = 1.48 7 1 ) #1 8 2 ~ 107℃ノミミト本にて製めた。そしてカラムの 験去の後、魚黴シフエコルミミの食(なるるせん) NISS-170C/18 FARTENTA, E 影したフェノールをベースとする取象は環臓量の 99%以上に相当する。及此の例、ひり0.00多 モルが酸虫され、これはちも1多数%のカーボギ ートの損失に報告する。

#### 突 筹 贸 & 《此歌要编例》

実施例を圧能感したのと同じ方法で、フェノー A 5 そAを157~158Cの内部偏害で28時 間にわたり炭酸ジェチル28モルと牧応させる。 しかし触難としても多のギタニウムチトラブチン ~りを優勝する。

フエノース2888を抽収する。契数エキュフ エニルトも89(ものやん)及び袋螺ジフェニル 323(23344)郑杨约约备。

反応したフェノールをベースとする収率は、か くして理論機の98%になる。どり、0.03 4 年を が反応期間中に除去され、これは188重量等の カーボネートの後失に相当する。

蒸留の前に、反応生産物は扱い赤褐色である。 蒸留後においてすら、炭酸ジフェニスは微然とし て赤褐色色鋼を示す。

A 19 18 18 14

モル)が勝ガス中に報告され、これは1事業%の カーボネート接供に指的する。

**粉粉粉粉蒸**人 バイエル・アクチエンがゼルジャフト 羅 人 奔寨主 小田縣 平 答

特別別34 - 48733(6) 実施例2に影撃したのと同じ装置にむいて、フ エノール1880月(20セル)、微微ジエチル 8888(254モル)及びチャラブテルジフェ ノキシスタノキサン208を務点にて効果し、こ の題エタノーみが78℃~78.5 ℃で塩酸酸出す 各意で容異を過す。 質の過度が176C~178 でに保存されるような 激化をいてカラムの低い器 分れて斑磁シエテルを加える。金数8448~8 モル 3 の英騰タエテルを2 5 時間にわた 9 使用す るのエタノール2589(あるモル)を鍛去する。 米技器装飾ジエテルが審査した後、フエノール 19899m82~88C/20 + AKTWHL. ※豫エサルフエニル2888(1.75モル)及び 炭酸シフエニル8818(1828モル)が 114 ~118℃/20トルにて繋出する。及応したフ エノーグをペースとする収率は、かくして機能量 の 9 8,5 %になる。 工業化級数 1,8 5 9 (0.0 8 5